

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-184315

(43)Date of publication of application : 05.07.1994

(51)Int.Cl.

C08J 3/03  
B01F 3/08  
B01J 13/00  
// C08L 83:04

(21)Application number : 05-172938

(71)Applicant : DOW CORNING CORP

(22)Date of filing : 13.07.1993

(72)Inventor : GEE RONALD PAUL  
VARAPRATH PADMAKUMARI J

(30)Priority

Priority number : 92 913555    Priority date : 14.07.1992    Priority country : US

### (54) MANUFACTURE OF SILICONE EMULSION

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To prepare the subject emulsion containing a specific size large particle of silicone by adding water and then a secondary nonionic surfactant to a mixture of a polysiloxane and a primary nonionic surfactant, stirring and further adding water to adjust the content of water.

**CONSTITUTION:** By (A) mixing 35 to 75 wt.% of a polysiloxane and 0.25 to 2.0 wt.% of a primary nonionic surfactant having an HLB value of 10 to 19 and stirring the mixture to homogenize, (B) adding a first portion of surfactant free water to the mixture A gradually, (C) adding 0.25 to 2.0 wt.% of a secondary nonionic surfactant having an HLB value of 1.8 to 15 to the mixture, (D) stirring the mixture until the particle size of the polysiloxane in the mixture is in the range of 1 to 100 µm, and (E) adding a second portion of water to the mixture in an amount sufficient to provide a total content of water in the product of 25 to 65 wt.%, a silicone emulsion containing silicone particles having the size of 1 to 100 µm is provided.

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-184315

(43)公開日 平成6年(1994)7月5日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 3/03	C F H	9268-4F		
B 0 1 F 3/08	A			
B 0 1 J 13/00	A	6345-4G		
// C 0 8 L 83:04				

審査請求 未請求 請求項の数10(全 7 頁)

(21)出願番号	特願平5-172938	(71)出願人	590001418 ダウ・コーニング・コーポレーション DOW CORNING CORPORATION アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド (番地なし)
(22)出願日	平成5年(1993)7月13日	(72)発明者	ロナルド ボール ジー アメリカ合衆国, ミシガン, ミッドラン ド, スタージョン クリーク パークウェ イ 6109
(31)優先権主張番号	9 1 3 5 5 5	(72)発明者	バドマクマリ ジャナキー バラプラス アメリカ合衆国, ミシガン, ミッドラン ド, キャンドルスティック 2108
(32)優先日	1992年7月14日	(74)代理人	弁理士 宇井 正一 (外4名)
(33)優先権主張国	米国 (U S)		

(54)【発明の名称】 シリコーンエマルジョンの製造方法

## (57)【要約】

【目的】 1～100 $\mu$ m という大きな粒度のシリコーンを有する水中シリコーンエマルジョンを提供する。

【構成】 ポリシロキサンとHLB値10～19の第1のノニオン界面活性剤を含む混合物を形成し、これに、第1の界面活性剤の無い水を少量ずつ加え、これにHLBが1.8～15の第2のノニオン界面活性剤を加え、この混合物を上記ポリシロキサンの粒度が1～100 $\mu$ m となる迄攪拌し、この混合物に第2の水を加えて製品中の全水含量が25～65wt%となるようにする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 35～75wt%のポリシロキサン及び0.25～2.0wt%の、HLB値が10～19の第1のノニオン界面活性剤を組み合わせて混合物を形成し、この混合物を攪拌して均一にし、；(B) 3～6wt%の第1の部分の界面活性剤の無い水を前記混合物に加え、分散し、この際この第1の界面活性剤の無い水を少量ずつ加え、；(C) この混合物に0.25～2.0wt%の、HLB値が1.8～15の第2のノニオン界面活性剤を加え、；(D) この混合物中のポリシロキサンの粒度が1～100 $\mu\text{m}$ となる迄この混合物を攪拌し、；そして(E) この混合物に、第2の部分の水を、製品中の水の全含量がこの混合物の全重量を基準にして25～65wt%となる量、加える、というステップを含むエマルジョンの製造方法。

【請求項2】 前記第1の部分の水が更に増粘剤を含む請求項1の方法。

【請求項3】 前記第2の部分の水が更に増粘剤を含む請求項1の方法。

【請求項4】 前記増粘剤が、前記混合物の全重量を基準にして約3wt%未満存在する請求項3の方法。

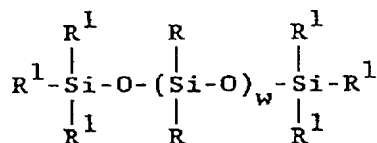
【請求項5】 前記混合物中のポリシロキサン含量が35～70wt%である請求項1、2、3又は4の方法。

【請求項6】 前記第1及び第2の部分の水を前記混合物に少量ずつ加える請求項1、2、3、4又は5の方法。

【請求項7】 前記ポリシロキサンが、高粘度ポリシロキサン類、双峰分布液体ポリシロキサン、官能性ポリシロキサン及びこれらの混合物から選ばれる請求項1～6のいずれかの方法。

【請求項8】 前記ポリシロキサンが次式で示される高粘度ポリシロキサンである請求項7の方法：

【化1】

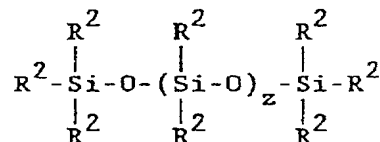


ここに、Rは独立に水素原子、炭素原子数少なくとも1のアルキル基及び炭素原子数6～10のアリール基から選られ、R<sup>1</sup>は独立にR、水酸基及びアルコキシ基から選られ、wはこの化合物の粘度が25℃で少なくとも1,000センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )であるような値を取る。

【請求項9】 前記ポリシロキサンが少なくとも1つの低粘度ポリシロキサン及び少なくとも1つの高粘度、不揮発性ポリシロキサンを含む双峰分布液体ポリシロキサンである請求項7の方法。

【請求項10】 前記ポリシロキサンが次式で示される官能性ポリシロキサンである請求項7の方法：

## 【化2】



ここに、R<sup>2</sup>は独立にR<sup>1</sup>、炭素原子数少なくとも1のアミノアルキル官能性基、炭素原子数少なくとも1のカルボキシアルキル官能性基、炭素原子数少なくとも1つのハロアルキル官能性基、アクリレート官能性基、アクリロキシ官能性基、アクリルアミド官能性基、ビニル官能性基及び式Q-R<sup>3</sup>-(ここに、Qは炭素原子でも水素原子でもない少なくとも1の原子を含む官能基であり、R<sup>3</sup>は少なくとも1つの炭素原子を有するアルキレン基及び炭素原子数6～10のアリーレン基から選ばれる)で示される官能基からなる群れから選られ、zは少なくとも10の値を取り、R<sup>1</sup>は水素原子、炭素原子数少なくとも1のアルキル基又は炭素原子数6～10のアリール基である。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、シリコーンエマルジョン及びそのようなエマルジョンを製造する方法に関する。特別な、一連の巧みなステップによれば、エマルジョン中で1～100 $\mu\text{m}$ の範囲のシリコーン粒度を有するエマルジョン組成物を生ずることが見いだされ、この方法も記載されている。これとは対照的に、先行技術の方法はエマルジョン中でシ0.35 $\mu\text{m}$ 未満のシリコーン粒度を生ずることが知られていた。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】ポリシロキサンエマルジョンを製造する方法は、米国特許出願No.07/534827(1990年6月7日出願、出願放棄済み)に記載されている。この出願はヨーロッパ特許出願No.0463431 A2として1992年1月2日に発行された。これら出願のそれぞれは本発明と同じ譲り受け人に譲渡された。

【0003】この出願の方法においては、シリコーンのO/Wエマルジョンを形成するに当たって最初にシリコーン、HLB値10～19のノニオン界面活性剤及び水を組み合わせ、剪断することにより、粘稠相エマルジョン(thick phase emulsion)を機械的に形成する。続いて、この粘稠相エマルジョンに、HLB値が1.8～15.0のノニオン界面活性剤を、随意のアニオン界面活性剤及びカチオン界面活性剤と共に加える。この混合物を剪断してエマルジョン中のシリコーンオイルの粒度を0.35 $\mu\text{m}$ (350ナノメートル)未満に小さくし、水を加えてこのエマルジョンのシリコーン含量を1～60wt%にする。

【0004】そのような方法は有効であることが見いだ

されたが、これらシリコーンエマルジョンを身体の手入れの用途に用いることは、このエマルジョンにおけるシリコーンの粒度が小さい為、制限される。本発明によれば、類似の方法であるが、身体の手入れのマーケット用の製品に用いるのにより良く適したエマルジョンを製造するという利点がある。即ち、前記先行出願に記載されたエマルジョンが粒度0.35 $\mu\text{m}$ 未満を有するの較べ、本発明方法で得られるエマルジョンは、エマルジョン中のシリコーンオイルの粒度が1~100 $\mu\text{m}$ である。

【0005】エマルジョンを作る基礎は、その中にシリコーンが溶解しない水の中にシリコーンオイルを安定化することである。このオイル粒子はこの系に界面活性剤を加えることにより安定化される。形成されるエマルジョンの種類(O/W又はW/O)、粒度、その均一性及び安定性を決定するに当たって用いられる界面活性剤の種類と量が重要となる。

【0006】エマルジョンの粒度は末端用途に影響する。多数の用途について、有効であるためには、不安定である必要はない。髪の手入れの用途には、特にコンディショニングシャンプーにおけるコンディショナーとして、又はリンスにおけるコンディショナーとしての用途には、このエマルジョンの有効性は髪に沈積するシリコーンの量に依存する。粒度が高い程、エマルジョンの脱安定化又は破壊が早く、従って髪へのシリコーンの沈積が増す。

【0007】

【課題を解決するための手段】非常に高い粘度のシリコーンポリマーガムと5~1000センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )の低い粘度の液体シリコーンは、良好なコンディショニング効果を与えるに当たって他のポリマー類より有利である。これは、シリコーンガムと液体を均一に混合することにより、このガムは一層をなして前記表面上に均一に拡がり、良好な感触と柔軟性を基体(髪)に与え得るという事実による。そのような粘度の高いシリコーンをシャンプーに配合することは非常に難しく、厄介である。シリコーンガム/液体配合物のエマルジョンを作ることにより、シャンプーへの混合に関連する多数の困難は避けられる。このエマルジョンは単にシャンプーに加え、単に攪拌すればよい。

【0008】本発明は、約200万センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )を越える粘度を有する高粘度ポリシロキサンから、エマルジョン中のポリシロキサンの粒度が直径1~100 $\mu\text{m}$ の範囲であるエマルジョンを作る方法に関する。

【0009】本発明は大きな粒度の高粘度ポリシロキサン類からエマルジョンを作る方法にも関し、この場合、前記エマルジョンは、増粘剤により、又はエマルジョン中のシリコーン含量の増大により安定化される。前記ポリシロキサンポリマーは単峰分布であってもよく、双峰

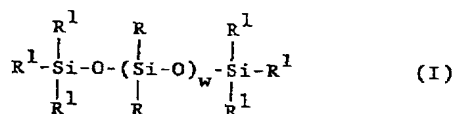
分布であってもよく、官能基を含んでいてもよい。

【0010】本発明は、高粘度ポリシロキサン類；少なくとも1つの低粘度ポリシロキサン及び少なくとも1つの高粘度不揮発性ポリシロキサンの配合物であるポリシロキサン類の混合物(ここに「双峰分布液体ポリシロキサン」という)；官能性ポリシロキサン；又はこれらの混合物からエマルジョンを作る方法に関する。本発明は高粘度ポリシロキサン類からエマルジョンを作るのに特に有用であるが、本発明はそのようなものに限定されるものではない。それは、双峰分布液体ポリシロキサン及び官能性ポリシロキサン類、例えばアミン官能性ポリシロキサン類、カルボキシ官能性ポリシロキサン類、ハロアルキル官能性ポリシロキサン類、グリコール官能性ポリシロキサン類及びビニル官能性ポリシロキサン類からエマルジョンを作るのにも有用であることが見いだされたからである。

【0011】本発明に有用な高粘度ポリシロキサン類は、次の式で示される化合物である：

【0012】

【化3】



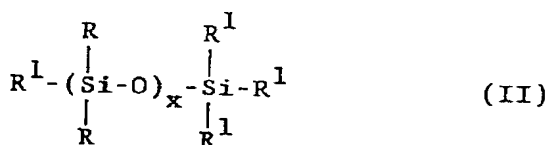
【0013】ここに、各Rは独立に水素原子、炭素原子数少なくとも1のアルキル基及び炭素原子数6~10のアリール基から選ばれ；R<sup>1</sup>は独立にR、水酸基及びアルコキシ基から選ばれ；wはこの化合物の粘度が少なくとも1,000センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )好ましくは少なくとも10,000センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )であるような値を取る。更にRの例を挙げれば、メチル、エチル、C<sub>6</sub>~C<sub>30</sub>のアルキル基、フェニル、ビニル及び水素原子がある。更にR<sup>1</sup>の例を挙げればメチル、エチル、C<sub>6</sub>~C<sub>30</sub>のアルキル基、ビニル、フェニル-OH、メトキシ、エトキシ及び水素原子がある。

【0014】前記双峰分布液体ポリシロキサンは少なくとも1つの低粘度ポリシロキサン及び少なくとも1つの高粘度不揮発性ポリシロキサンの配合物である。この低粘度ポリシロキサンは直鎖状又は環状ポリシロキサンで、揮発性であっても不揮発性であってもよい。更に、この低粘度ポリシロキサンは粘度1,000センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )未満、好ましくは約500センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )未満である。この低粘度ポリシロキサンは一般に前記双峰分布液体ポリシロキサン組成物の1~99wt%を構成する。

【0015】前記直鎖状低粘度ポリシロキサンは次式で示される化合物である：

【0016】

【化4】



【0017】ここに、R及びR<sup>1</sup>は先に述べた通りであり、xは少なくとも1の値を取る。R及びR<sup>1</sup>は主にメチル基であることが好ましい。

【0018】前記環状低粘度ポリシロキサンは次式で示される化合物である：

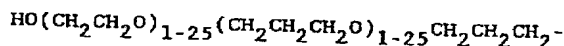
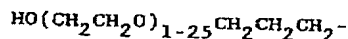
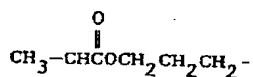
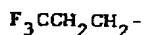
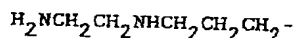
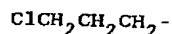
【0019】

【化5】



【0020】ここに、Rは上に述べた通りであり、yは3～7の値を取る。Rは主にメチル基であることが好ましい。

【0021】前記高粘度不揮発性ポリシロキサンは(I)で述べた式を有する化合物である。粘度が少なくとも10,000センチストークス(mm<sup>2</sup>/s)であり、Rが主にメチルである式(I)の化合物が好ましい。前記高粘度不揮発性ポリシロキサンは一般に前記双



【0027】並びに式Q-R<sup>3</sup>-(ここに、Qは炭素原子でもなく、水素原子でもない少なくとも1つの原子を含む官能基であり、R<sup>3</sup>は炭素原子数少なくとも1のアルキレン基及び炭素原子数6～10のアリーレン基から選ばれる)で示される他の官能基があるが、これらに限られない。

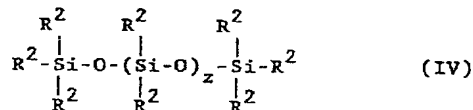
【0028】このエマルジョンを作り出すプロセスは、剪断手段に高分子量ポリシロキサン、双峰分布液体ポリシロキサン、官能性ポリシロキサン及びこれらの混合物から選ばれるポリシロキサン並びに少なくとも1つの第1の界面活性剤を組み合わせることを含む。前記第1の

峰分布液体ポリシロキサン組成物の1～99wt%を構成する。

【0022】本発明において有用な官能性ポリシロキサンは次の式で示される化合物である：

【0023】

【化6】

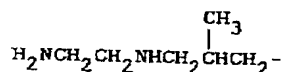
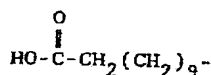
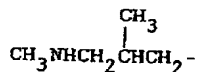
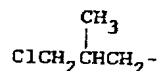


【0024】ここに、R<sup>2</sup>は独立にR<sup>1</sup>、炭素原子数少なくとも1のアミノアルキル官能基、炭素原子数少なくとも1のカルボキシアルキル官能基、炭素原子数少なくとも1のハロアルキル官能基、アクリレート官能基、アクリロキシ官能基、アクリルアミド官能基、ビニル官能基及び式Q-R<sup>3</sup>-(ここに、Qは炭素原子でも水素原子でもない少なくとも1つの原子を含む官能基であり、R<sup>3</sup>は少なくとも1つの炭素原子を有するアルキレン基及び炭素原子数6～10のアリーレン基から選ばれる)で示される他の官能基から選ばれる；zは少なくとも10の値を取る。

【0025】R<sup>2</sup>を更に例示すれば、以下の官能基：

【0026】

【化7】



界面活性剤及び前記シリコンは好ましくは20℃～100℃、より好ましくは40℃～100℃の温度で分散する。第1の界面活性剤及びシリコンを分散した後、水を少量ずつ時間をかけて加える。この後に少なくとも1つの第2の界面活性剤を加え、これを剪断手段を用いてポリシロキサン中に分散する。再び、前記第2の界面活性剤を前記シリコンに、好ましくは20℃～100℃、より好ましくは40℃～100℃の温度で分散する。得られた組成物を更に20℃～100℃、好ましくは40℃～100℃の温度に加熱し又は維持し、平均粒度が1～100μmの範囲内になる迄剪断手段を用いて

十分な期間混合する。次いで、得られた物質を冷却し、希釈してエマルジョンを形成する。

【0029】全ての予備混合を含む加工は、大気圧下に、好ましくは20℃～100℃、より好ましくは40℃～100℃の温度で行う。剪断力、電気的手段、水蒸気、熱油、他の加熱手段又はこれらのいずれかの組み合わせによって、この系に熱を加えることができる。

【0030】前記成分は剪断手段を用いて混合される。有用な剪断手段の例を挙げれば、単軸スクリュウ押し出し機、多軸スクリュウ押し出し機、チェンジカンミキサー、遊星形ミキサー、ケトルミキサー、スタチックミキサー、ブレンダー、パドルミキサー、バタフライミキサー、シグマブレードミキサー、G-フォースミキサー、ミル形ミキサー、タービュライザーミキサー、フィンガーミキサー、ボーキュパインミキサー、ヘリコーンミキサー等があるが、これらに限られない。エマルジョンを形成するのに必要な剪断を発生するどんな剪断発生手段も本発明方法に用いうる。この混合プロセスは、用いられる剪断手段に依存してバッチ法で又は連続法で実行できる。

【0031】平均粒度1～100 $\mu$ mを有するエマルジョンを作るのに必要な時間は、剪断量、第1及び第2の界面活性剤の量と種類、水濃度及び加工の間の成分の温度に依存する。一般には、そのようなエマルジョンは6時間以内に製造できる。平均粒度が1～100 $\mu$ mとなるまで十分な時間組成物を剪断するのが好ましい。

【0032】本発明に従ってエマルジョンを作るのに用いられる第1の界面活性剤はHLB値10～19を有するノニオン界面活性剤である。この種類のノニオン界面活性剤は、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル類、ポリオキシアルキレンソルビタンエステル類、ポリオキシアルキレンエステル類及びポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル類を含む。特別な例を挙げれば、Brij 35、Brij 35 L、Brij 58、Brij 78、Brij 98、Brij 700及びBrij 722がある。これら全てはICI Americas Inc., Wilmington, Delawareの製品の商標である。追加のノニオン界面活性剤は、Union Carbide Chem. & Plastics Co., Industrial Chemicals Div., Danbury, Connecticutの製品で、TERGITOL (商標) TMN-6、TERGITOL (商標) 15-S-7、TERGITOL (商標) 15-S-40及びTRITON (商標) X-405なる商標の下に販売されている。

【0033】本発明に従ってエマルジョンを作るのに用いられる第2の界面活性剤もノニオン界面活性剤であるが、HLB値1.8～15を有する。この種類の有用なノニオン界面活性剤は、上記と同じ種類のエーテル及びエステルを含む。特別な例は、Brij 30、Brij

52、Brij 56、Brij 72、Brij 76、Brij 92及びBrij 97である。これら全てはICI Americas Inc., Wilmington, Delawareの製品の商標である。追加の第2のノニオン界面活性剤は、Union Carbide Chem. & Plastics Co., Industrial Chemicals Div., Danbury, Connecticutの製品で、TERGITOL (商標) TMN-3、TERGITOL (商標) 15-S-3及びTERGITOL (商標) 15-S-50なる商標の下に販売されている。他の適当な第2のノニオン界面活性剤は、Dehydol LS-2 (Henkel Canada Ltd., Montreal, Quebec, Canadaの製品の商標である)、並びにVolpo-3及びVolpo-5 (これらはCroda Inc., New York, New Yorkの製品である) である。

【0034】先に述べたように、エマルジョン中のシリコーンの粒度は、他のファクターと共に、用いられる界面活性剤の量と種類に依存する。本発明の主な特徴と目的の一つはエマルジョン中での大きな粒度のシリコーンを有するエマルジョンの製造を達成することであるから、この方法は限定された、比較的少量の界面活性物質を用いる。加えて、この方法は、好ましくは高粘度油相を小さな界面活性剤比を用いるから、エマルジョンの質は不適当な混合方法によって大いに影響される。例えば、本発明の教えに従ってエマルジョンを作るに当たって、高い剪断を生じうるミキサーを用いることが特に重要である。本発明の目的にとって適当なエマルジョンをうまく製造するのに寄与する他のファクターは、剪断速度及び界面活性剤の添加の順序である。

【0035】最初の量の水の添加は、全部を一度に全てを添加するのではなく、時間をかけて少量ずつ添加するのも重要である。即ち、単一エマルジョンを得る為には、水は少量ずつ徐々に加えるべきである。そのように徐々に加えられる最初の水は界面活性剤の無いことも要請される。最初の段階で加える水は、最終のエマルジョン中の水の全含量 (これは約25～65wt%である) の約3～6wt%の量を用いる。高粘度シリコーンポリマーとの混合を改善するために、最初の段階で加える3～6wt%の水は増粘剤を含むことが更に好ましい。

【0036】適当な増粘剤の例としては、キサンタンガム(xanthan gum)；アルギン酸ナトリウム；アラビアゴム；ポリオキシエチレングアールゴム；ヒドロキシプロピルグアールゴム；セルロース誘導体、例えば、メチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース及びポリプロピルヒドロキシエチルセルロース；澱粉及び澱粉誘導体、例えば、ヒドロキシアミロース及び澱粉アミロース；イナゴマメガム；電解質、例えば塩化ナトリウム；サッカライド、例え

ば、フラクトース及びグルコース；並びにサッカライドの誘導体、例えば、PEG 120メチルグルコースジオレエートがある。

【0037】本発明に従って形成されるエマルジョンは、室温で少なくとも6か月の期間良好な安定性を有し、50℃での凍解サイクルを通して1か月間安定であることができることが見いだされた。

【0038】本発明方法に従ってエマルジョンを製造する手順は、高剪断ミキサーに35～75wt%のシリコーン及び0.25～2.0wt%のHLB値10～19の第1の界面活性剤を仕込むことを含む。これらの成分は低速度で混合される。界面活性剤の無い水を3～6wt%の量ミキサーに加える。この量の水は最終エマルジョン中に存在する全量で25～65wt%の水のほんの一部を構成する。この最初の量の水は、時間をかけて、一連の分離されたステップで加え、各添加の後にミキサー中で成分の混合を継続する。いずれにしても、ミキサー中の水が3～6wt%に達する迄に、ミキサー成分に水を加えるのに、約5～約10の分離したステップを用いるとよい。先に述べたように、これら種々の段階で水を加える時、増粘剤を含有させることが好ましい。水の添加を終えた時、0.25～2.0wt%のHLB値1.8～15wt%の第2の界面活性剤をミキサーに加える。次いで、ミキサー成分をミキサー中で、シリコーンの粒度が最大1～100 $\mu\text{m}$ となる迄、高剪断にかける。このサイクルのこの高剪断の部分は一般に約3～4時間内に終えることができる。

【0039】最終エマルジョン中の全水含量が25～65wt%となるに十分な希釈水を、この混合物に加える。この希釈水は、好ましくは、時間をかけて、一連の分離されたステップで加え、各添加の後にミキサー中で成分の混合を継続する。再び、いずれにしても、ミキサー成分に希釈水を加えるのに、約5～約10の分離したステップを用いるとよい。これらの種々の段階で希釈水を加える時、増粘剤を含有させるのが、同様に好ましい。最終エマルジョン中の増粘剤の全量は最終エマルジョン組成物の3wt%以下であるべきであり、好ましくは1wt%以下である。最終エマルジョンのシリコーン含量は35～70wt%、好ましくは50～70wt%であるべきである。

【0040】

【実施例】以下に、本発明の概念と本発明方法に具現化された態様を説明する為に実施例を示す。

【0041】(例1) Neulinger RHDミキサーを用いて、粘度1000万～2000万センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )の水酸基で末端をブロックしたポリジメチルシロキサン40wt%及び350センチストークス( $\text{mm}^2/\text{s}$ )の液体シリコーン60wt%を含む双峰分布液体ポリシロキサンを調製した。この混合物を用いて以下の例のエマルジョンを調製した。

【0042】(例2) 清浄なRHD Neulingerミキサーに2000gの上記双峰分布液体ポリジメチルシロキサンを仕込んだ。これに、30gのBrij 35Lを加え、30分間徹底的に攪拌した。これに、180gの水中1wt%のキサンタンガム(xanthan gum)溶液を1時間かけて徐々に加え、この混合物を更に30分間攪拌した。このよく攪拌した混合物に、35gのDehydrol LS-2を加え、2～3時間攪拌した。その後、1wt%のキサンタンガムを含む水溶液1765gを加えた。この粒度は3～17 $\mu\text{m}$ であった。このエマルジョンは顕微鏡で観察すると均一であった。このエマルジョンは室温で6か月放置しても安定であり、分離の兆候は全く見られなかった。

【0043】(例3) 清浄なRHD Neulingerミキサーに2000gの上記双峰分布液体ポリジメチルシロキサンを仕込んだ。これに、30gのBrij 35Lを加え、30分間徹底的に攪拌した。これに、180gの水中1wt%のキサンタンガム(xanthan gum)溶液を1時間かけて徐々に加え、この混合物を更に30分間攪拌した。このよく攪拌した混合物に、35gのDehydrol LS-2を加え、2～3時間攪拌した。その後、1/2wt%のキサンタンガムを含む水溶液1765gを1～2時間かけて加えた。この粒度は3～17 $\mu\text{m}$ であった。このエマルジョンは顕微鏡で観察すると均一であった。このエマルジョンは室温で6か月放置しても安定であり、分離の兆候は全く見られなかった。

【0044】(例4) 清浄なRHD Neulingerミキサーに2000gの上記双峰分布液体ポリジメチルシロキサンを仕込んだ。これに、30gのBrij 35Lを加え、30分間徹底的に攪拌した。これに、180gの水中1wt%のキサンタンガム(xanthan gum)溶液を1時間かけて徐々に加え、この混合物を更に30分間攪拌した。このよく攪拌した混合物に、35gのDehydrol LS-2を加え、2～3時間攪拌した。その後、612gの水を1時間かけて徐々に加えた。この粒度は3～17 $\mu\text{m}$ であった。このエマルジョンは顕微鏡で観察すると均一であった。このエマルジョンは室温で6か月放置しても安定であり、分離の兆候は全く見られなかった。

【0045】(例5) 清浄なRHD Neulingerミキサーに2000gの上記双峰分布液体ポリジメチルシロキサンを仕込んだ。これに、30gのBrij 35Lを加え、30分間徹底的に攪拌した。これに、180gの水中1wt%のキサンタンガム(xanthan gum)溶液を1時間かけて徐々に加え、この混合物を更に30分間攪拌した。このよく攪拌した混合物に、35gのBrij 35を加え、2～3時間攪拌した。その後、1wt%のキサンタンガムを含む水溶液1765gを加えた。この粒度は3～17 $\mu\text{m}$ であった。このエマルジョンは顕微鏡で観察すると均一であった。このエマルジ

ンは室温で6か月放置しても安定であり、分離の兆候は全く見られなかった。

【0046】(例6) Hobartミキサーに、1000gの双峰分布ポリジメチルシロキサンを仕込み、15gのBrij 35Lを加え、次いで30分間徹底的に攪拌した。その後、90gの水中1wt%のキサンタンガム(xanthan gum) 溶液を30分間かけて徐々に加え、この混合物を更に30分間攪拌した。このよく攪拌した混合物に、17.5gのDehydol LS-2を15分かけて徐々に加え、この混合物を1時間攪拌した。これを877.5gの水で希釈した。水の添加は30分かけて行った。このエマルジョンは顕微鏡で観察すると均一であり、粒度は3~5 $\mu\text{m}$ であった。

【0047】(例7) 清浄なRHD Neulingerミキサーに2000gの上記双峰分布液体ポリジメチ

ルシロキサンを仕込んだ。これに、15gのBrij 35Lを加え、30分間徹底的に攪拌した。これに、180gの水中1wt%のキサンタンガム(xanthan gum) 溶液を1時間かけて徐々に加え、この混合物を更に30分間攪拌した。このよく攪拌した混合物に、17.5gのDehydol LS-2を加え、2~3時間攪拌した。その後、1765gの1wt%キサンタンガム水溶液を加えた。この粒度は3~60 $\mu\text{m}$ であった。このエマルジョンは顕微鏡で観察すると均一であった。このエマルジョンは室温で6か月放置しても安定であり、分離の兆候は全く見られなかった。

【0048】

【発明の効果】本発明によれば、1~100 $\mu\text{m}$ という大きな粒度のシリコーンを有する水中シリコーンエマルジョンが提供される。